Lane Medical Library

Aus dem Pharmakologischen Institut der Universität Gießen.
Direktor: Geh. Med.-Rat Professor Dr. Geppert.

Eine einfache Methode des quantitativen Jodnachweises im menschlichen Urin.

DISSERTATION

zur

Erlangung der Doktorwürde der medizinischen Fakultät der Hessischen Ludwigs-Universität zu Gießen.

Vorgelegt von

HUGO SCHLIERBACH

aus Rodheim a. d. Bieber.

GIESSEN 1928

Druck von Justus Christ, Giessen

Gedruckt mit Genehmigung der medizinischen Fakultät zu Gießen.

Referent: Geh. Med.-Rat Prof. Dr. Geppert.

Die übliche Methode scharfer Jodbestimmung im Urin beruht auf Veraschung oder Verkohlung desselben. Ein gemessenes Quantum, der Regel nach 10, höchstens 20 ccm werden unter Zusatz von Alkali und ev. Salpeter eingedampft, verkohlt und ev. verascht. Ein solches Verfahren hat sich als notwendig erwiesen, weil die direkte Bestimmung, die sehr nahe liegt, nicht ausführbar erschien. Denn allerdings ist es ja nicht schwierig, das Jod im Urin, falls es als Jodalkali darin vorhanden ist, etwa durch Zusatz von Schwefelsäure und Natriumnitrit frei zu machen. Versucht man dann aber das Jod behufs Weiterbestimmung quantitativ mit Chloroform oder Schwefelkohlenstoff auszuschütteln, so gelingt das der Regel nach nicht, denn es bilden sich Emulsionen schwer sprengbarer Natur. Gelegentlich anderer Untersuchungen über Jodbestimmungen ist im Pharmakologischen Institut zu Gießen eine Methode ausgearbeitet worden, welche diese Schwierigkeiten vermeidet. Schüttelt man nämlich den Urin mit Kohle (Carbo medizinalis Merck) aus, so erhält man nach der Filtration eine Flüssigkeit, die eine Ausschüttelung der oben gedachten Art zuläßt. Indeß ist eine Jodbestimmung auf diese Weise nicht durchführbar, denn Kohle hält das Jod zurück.

Theodor Bender[1]) suchte zunächst in Anlehnung an eine ältere Arbeit von Braun »Ausscheidung von Jod nach Eingabe von Yatren« (Gießen Wintersemester 1925/26 Veterinärmedizin. Fakultät) durch Kochen von Urin mit Natronlauge vor der Filtration durch Kohle bessere Resultate zu gewinnen. Doch ergab sich späterhin, daß es richtiger erschien, vom Kochen abzusehen. Bei diesen Versuchen ergab sich, daß man relativ große Quantitäten Kohle verwenden muß, wenn man in alkalischer Lösung dem Urin die hier in Frage kommenden emulsionsbildenden Substanzen entziehen wollte. Er verfuhr zunächst mit einer reinen Jodkaliumlösung folgendermaßen:

5 Spatel Tierkohle (5,0) werden mit 10 ccm normaler Kalilauge und 10 ccm Wasser benetzt, dann wird eine Lösung, be-

---

[1]) Theo Bender: Dissertation, »Eine einfache Methode des quantitativen Nachweises des Jodkali im Urin« (Gießen 1926).

stehend aus 90 ccm Urin, 10 mg Jod (als Jodkalium) 100 ccm Wasser und 10 ccm normaler Kalilauge mit der Tierkohle geschüttelt, filtriert und 65 ccm des Filtrates werden zur Analyse verwandt. Das Resultat ergab 5,0 mg Jod = 96 %.

Derselbe Versuch wurde mit Hundeurin wiederholt und ergab 97,2 %.

Weiter hat dann Bender einige Versuche mit menschlichem, jodhaltigem Urin angestellt und erhielt dabei vollkommene Uebereinstimmung zwischen Verkohlung respektive Veraschung und alkalischer Ausschüttelung durch Kohle. Beispielsweise erhielt er in 10 ccm Urin nach der Verkohlung berechnet 11,5 mg Jod, nach der Ausschüttelung berechnet 11,6 mg.

Nach dem gleichen Verfahren sind im pharm. Institut Doppelbestimmungen des Jodes im Urin ausgeführt worden und zwar bei Versuchen am Hunde. Ich führe hier an (Aloys Hesse[1] Seite 12).

In 100 ccm Urin sind enthalten nach Jodkalium-Gebrauch an Jod:

nach der Ausschüttelung:	28,6	3,7	1,2	1,0	0,2	Spur
nach der Verkohlung:	28,0	3,75	1,25	1,1	0,2	Spur

In 100 ccm Urin sind enthalten nach Jodostaringabe an Jod:

nach der Ausschüttellung:	15,1	4,8	1,9	0,8	0,4	Spur
nach der Verkohlung:	15,25	5,0	2,0	0,57	0,375	Spur

Die genannte Methode der Bestimmung ist noch etwas weiter im pharmakologischen Institut ausgearbeitet worden und ich habe dann mehrere Reihen von Bestimmungen gemacht.

In der ersten Reihe wurde menschlichem Urin Jodkalium in gemessenen Mengen zugesetzt und es wurde dann:

1. durch Verkohlung
2. durch Ausschüttelung mit Kohle

bestimmt, ob alles Jod nach diesen Methoden wiedergefunden werden konnte. Speziell interessierte hier die Frage, bis zu welcher Feinheit der Nachweis sehr geringer Mengen (unter 0,1 mg Jod in 100 ccm Urin) getrieben werden konnte.

Die zweite Reihe wies dann nach, daß ein vom Menschen ausgeschiedener jodhaltiger Urin dieselben Resultate ergab, wenn einmal die Verkohlung und das andere Mal die Ausschüttelung mit Kohle benutzt wurde.

[1]) Jodausscheidung nach Eingabe von Jodostarin (Dissert. von Aloys Hesse, Gießen, Veter.-Med. Fakultät 1927).

Die Verkohlungen wurden nach folgender Methode angestellt:

10 ccm Urin werden mit 3 ccm 10 %iger Kalilauge in einer Nickelschale eingekocht und sobald Syrupdicke erreicht ist, wird der Inhalt über das Innere der Schale ausgebreitet. Alsdann wird stärker erhitzt und verkohlt. Nach der Verkohlung und Abkühlung werden 10 ccm Wasser zugefügt und es wird auf dieselbe Weise verkohlt. Alsdann wird das Verfahren zum 3. Male vorgenommen. Nach der 3. Verkohlung muß die Kohle graue Farbe haben. Dann wird Wasser zugesetzt und aufgekocht. Die jetzt entstehende Lösung muß wasserklar sein. Dann wird das Ganze in ein Becherglas gebracht. Die Schale wird mit destiliertem Wasser nachgewaschen und das Waschwasser ebenfalls in das Becherglas gebracht. Zum Schluß werden 10 ccm verdünnte Schwefelsäure in die Schale gegossen und es wird mit einem Gummiwischer nachgewischt; dann kommt die Schwefelsäure ebenfalls in das Becherglas. Jetzt wird der Inhalt des Becherglases auf ein Nutschenfilter gebracht das Filtrat abgesaugt und das Filter mit Wasser nachgewaschen Das Filtrat wird mit verdünnter Schwefelsäure angesäuert und mit 3 %igem Natriumnitrit versetzt. Das freiwerdende Jod wird im Scheidetrichter mit Schwefelkohlenstoff ausgeschüttelt und mit Natriumthiosulfat (1/127 normal) titriert.

Ist die Quantität des Jodes sehr gering, so wird der Schwefelkohlenstoff, falls er nicht vollkommen klar ist, durch Filtrierpapier filtriert, wodurch die Trübung beseitigt wird und dann in ein etwa 20 cm langes Rohr von 1 cm Durchmesser eingefüllt. Ein gleiches Rohr wird mit nicht gebrauchtem Schwefelkohlenstoff gefüllt und nun sieht man durch beide nebeneinander gehaltene Rohre hindurch, gegen eine weiße Fläche (darunter gehaltenes Stück Filtrierpapier). Dann erscheint das jodhaltige Rohr rötlich. Zu beachten ist, daß der Schwefelkohlenstoff zu diesen Versuchen frisch destilliert mit Wasser ausgeschüttelt und farblos sein muß. Starkes Licht ist beim Ausschütteln zu vermeiden.

Die kalte Ausschüttelung mit Kohle wird in folgender Weise ausgeführt:

5 Spatel (etwa 5 g) Karbo medizinalis Merck werden mit 3 ccm 10 %iger Kalilauge und 20 ccm Wasser versetzt. Alsdann werden 100 ccm Urin, die mit 6 ccm 10 %iger Natronlauge versetzt sind, zugefügt und das ganze wird geschüttelt. Hierzu werden zugefügt 15 ccm 10 %ige Buttersäure und dann wird das Ganze auf ein Nutschenfilter gebracht, abgesaugt und nachgewaschen mit 100 ccm

Wasser, die mit 10 ccm 10 $^0/_0$iger Buttersäure versetzt sind. Auch dieses Filtrat muß vollkommen klar sein, sonst wird es noch einmal aufgegossen. Das Filtrat wird dann mit Schwefelsäure angesäuert, mit Natriumnitrit versetzt usw. wie oben beschrieben.

Meine Kontrollversuche wurden, wie oben angegeben, mit gemessenen Mengen zu menschlichem Urin zugesetzten Jodkaliums ausgeführt und zwar wurden zur Verkohlung zugesetzt

zu je 10 ccm Urin 1. 10,0 mg Jod al Jodkalium
2. 5,0 mg „ „ „
3. 1,0 mg „ „ „

Es wurden wiedergefunden
ad. 1. 9,95 mg Jod
2. 5,0 „ „
3. 1,0 „ „

doch sei hinzugesetzt, daß bei der ersten Bestimmung statt 10,0 mg zuerst nur 9,7 mg gefunden wurden. Die Wiederholung ergab dann 9,95 mg Jod. Ein Resultat, das mit den sonst im Pharmakologischen Institut gewonnenen stimmte.

Für das Ausschüttelungsverfahren
zu je 100 ccm Urin: 1. 10,0 mg Jod als Jodkalium
2. 5,0 „ „ „ „
3. 1,0 „ „ „ „

Es wurden gefunden:
ad. 1. 10,0 mg Jod
„ 2. 5,0 „ „
„ 3. 1,0 „ „

Weiter wurden 100 ccm Urin versetzt mit 0,1 mg 0,05 mg und 0,01 mg Jodkalium. In sämtlichen Proben war das Jod nachweisbar.

Ich gehe nunmehr zu den Versuchen über, die nach Einnahme von Jod angestellt sind.

Ich nahm 1,0 g Jodkali und untersuchte den Urin des andern Morgens (300 ccm). 10 ccm Urin gaben nach der Verkohlung 3,5 mg Jod., 100 ccm nach der Ausschüttelung mit Kohle 35,0 mg Jod.

Ein Anderer nahm 0,5 Dijodyl. Der Urin des anderen Morgens (500 ccm) ergab nach der Verkohlung in 10 ccm 0,8 mg Jod, nach der Ausschüttelung in 100 ccm 7,5 mg Jod.

Nach Einnahme von 0,5 g Jodkali wurde der Urin eines Dritten (775 ccm) am anderen Morgen untersucht; die Verkohlung

ergab 15,9 mg Jod, die Ausschüttelung mit Kohle in 100 ccm = 159 mg Jod.

Nach Einnahme von 0,5 g Jodkali fanden sich im Urin (375 ccm) nach der Verkohlung in 10 ccm 0,65 mg Jod, in 100 ccm nach der Ausschüttelung mit Kohle 6,0 mg Jod.

Bei der nächsten Untersuchung (der Patient erhielt am morgen 0,5 mg Jodkali), fand sich am Nachmittag im Urin (400 ccm) bei der Verkohlung von 10 ccm 6,5 mg Jod, bei der Ausschüttelung mit Kohle in 100 ccm 65 mg Jod.

Nach Einnahme von 0,5 g Jodkali wurde im Urin am andern Morgen nach der Ausschüttelung mit Kohle in 100 ccm Urin 434 mg Jod gefunden. Nach der Verkohlung in 10 ccm Urin = 43,4 mg Jod.

Nach Einnahme von 0,5 g Jodkali wurde im Urin am andern Morgen (350 ccm) nach der Verkohlung von 10 ccm Urin 23,35 mg Jod gefunden. Nach der Ausschüttelung mit Kohle von 100 ccm 234 mg Jod.

Nach Einnahme von 0,5 g Jodkali am Morgen wurde im Urin des Nachmittags (300 ccm) nach der Verkohlung von 10 ccm Urin 15,8 mg Jod gefunden, nach der Ausschüttelung mit Kohle 158 mg

Folgende Tabelle faßt die gewonnenen Resultate zusammen:

	1.	2.	3.	4.
In 10 ccm Urin durch Verkohlen	3,5 mg	0,8 mg	15,9 mg	0,65 mg
In 100 ccm Urin durch Ausschüttelung mit Kohle	35,0 mg	7,5 mg	159,0 mg	6,0 mg

	5.	6.	7.	8.
In 10 ccm Urin durch Verkohlen	6,0 mg	43,4 mg	23,35 mg	15,8 mg
In 100 ccm Urin durch Ausschüttelung mit Kohle	65,0 mg	434,0 mg	234,0 mg	158,0 mg

Das Resultat meiner Arbeit fasse ich dahin zusammen, daß

1. durch das geschilderte Verfahren der Ausschüttelung mit Kohle in alkalischer Lösung alles im Urin enthaltene Jod nachweisbar ist, wenigstens so lange es an Alkalien gebunden ist.
2. daß sich durch dieses Verfahren noch Mengen von 0,01 mg Jod in 100 ccm Urin nachweisen lassen.

Es ist mir eine angenehme Pflicht, meinem hochverehrten Lehrer, Herrn Geh.-Rat Professor Dr. Geppert meinen herzlichen Dank auszusprechen.

Lebenslauf.

Hugo Schlierbach, geb. 19. März 1903 zu Rodheim a. d. Bieber als Sohn des Kaufmanns Christian Schlierbach. Ich besuchte 4 Jahre die Volksschule zu Rodheim, dann 9 Jahre das Realgymnasium zu Gießen. Im Frühjahr 1922 bestand ich das Maturum und studierte 5 Semester (bis zum Physikum) an der Hessischen Ludwigs-Universität zu Gießen. Darauf besuchte ich 1 Semester die medizinische Akademie zu Düsseldorf und kehrte für die restlichen 4 Semester nach Gießen zurück, wo ich im Frühjahr 1927 das Staatsexamen bestand.